

Best Available Copy

REC'D 24 SEP 2004

WIPO

PCT

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP 2004/011145

05. 8. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年 8月12日

出願番号  
Application Number: 特願2003-292596  
[ST. 10/C]: [JP 2003-292596]

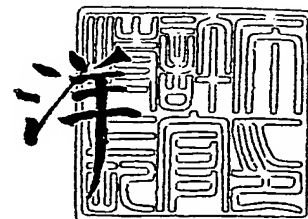
出願人  
Applicant(s): 信越半導体株式会社

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1 (a) OR (b)

2004年 9月10日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



出証番号 出証特2004-3081592

【書類名】 特許願  
【整理番号】 0300141  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 H01L 21/324  
【発明者】  
    【住所又は居所】 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信越半導体  
                        株式会社 半導体白河研究所内  
    【氏名】 小林 武史  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000190149  
    【氏名又は名称】 信越半導体株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100102532  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 好宮 幹夫  
    【電話番号】 03-3844-4501  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 043247  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 9703915

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

エピタキシャルウエーハの製造方法であって、少なくとも、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なう熱処理工程と、前記熱処理したインゴットを鏡面状のウエーハに加工するウエーハ加工工程と、前記ウエーハ上にエピタキシャル層を形成するエピタキシャル成長工程を有することを特徴とするエピタキシャルウエーハの製造方法。

**【請求項 2】**

前記熱処理工程において、前記シリコン単結晶に内部微小欠陥（BMD）を形成することを特徴とする請求項 1 に記載のエピタキシャルウエーハの製造方法。

**【請求項 3】**

前記熱処理工程は、700℃以上900℃以下の熱処理温度で30分以上8時間以内の熱処理を行なうことを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載のエピタキシャルウエーハの製造方法。

**【請求項 4】**

前記熱処理工程は、昇温速度を0.5℃/min～10℃/minとして昇温することを特徴とする請求項 1 ないし請求項 3 のいずれか 1 項に記載のエピタキシャルウエーハの製造方法。

**【請求項 5】**

前記エピタキシャル成長工程は、1000℃以上の温度で前処理を行った後に1000℃以上の温度でエピタキシャル成長を行なうことを特徴とする請求項 1 ないし請求項 4 のいずれか 1 項に記載のエピタキシャルウエーハの製造方法。

**【請求項 6】**

前記シリコン単結晶は、窒素がドーブされている結晶であることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 5 のいずれか 1 項に記載のエピタキシャルウエーハの製造方法。

**【請求項 7】**

前記シリコン単結晶は、チョクラルスキー法により製造された準完全結晶（NPC）領域の結晶であることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 6 のいずれか 1 項に記載のエピタキシャルウエーハの製造方法。

**【請求項 8】**

前記インゴット状態のシリコン単結晶は、チョクラルスキー法による単結晶引上装置で引き上げられたままの形状のインゴット、又は引上げ後に円筒研削されブロック状に切断された状態のインゴットであることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 7 のいずれか 1 項に記載のエピタキシャルウエーハの製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】エピタキシャルウエーハの製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明はエピタキシャルウエーハの製造方法に関し、特に、ゲッターリング効果に優れ、エピタキシャル層欠陥の少ないエピタキシャルウエーハを効率良く製造する製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

半導体デバイスに用いられるシリコンウエーハは、主に引上げ法（チョクラルスキー法、CZ法）で育成されたものである。このCZ法で育成されるシリコン単結晶には、通常酸素不純物が含まれており、そのままの状態ではデバイス製造工程に使用すると、工程中で過飽和な酸素が析出することがある。酸素析出物は、体積膨張による歪みで二次的に転位や積層欠陥等を発生させることがある。これらの酸素析出物及びその二次欠陥は半導体デバイスの特性に大きな影響を及ぼすもので、ウエーハ表面及びデバイス活性層にこのような欠陥がある場合、リーク電流の増大、酸化膜耐圧不良等を引き起こすことがある。

【0003】

また、デバイスの高集積化、微細化に伴い今まで問題視されなかったCZ法シリコン単結晶引上げ時に導入されたGrown-in欠陥が酸化膜耐圧特性を著しく劣化させることから、シリコン単結晶基板の表面近傍における結晶性の良否がデバイスの信頼性及び歩留りを大きく左右することになる。

【0004】

このため、現在では表面に単結晶層を成長させたエピタキシャルウエーハが用いられる事も多い。エピタキシャルウエーハは表面近傍における結晶性が良好であるという利点がある。また、エピタキシャル成長技術によれば、ウエーハ内部に急峻な不純物濃度勾配を形成したり、高濃度層の内部に低濃度層を形成することが比較的容易に行えるため、エピタキシャルウエーハはバイポーラ・トランジスタやショットキ・バリア・ダイオードの作製には必須のウエーハである。このようなエピタキシャル層の形成では、1000℃以上の高温プロセスが行われる。

【0005】

なお、ここで言う1000℃以上の高温プロセスには、エピタキシャル成長自体とエピタキシャル成長前に行われる前処理がある。シリコン結晶薄膜のエピタキシャル成長は、典型的には $H_2$  雰囲気中に珪素化合物ガスである $SiCl_4$ 、 $SiHCl_3$ 、 $SiH_2Cl_2$ 、 $SiH_4$ 等のガスとドーパント・ガスである $B_2H_6$ ガスや $PH_3$ 等のガスを供給し、1000～1200℃の温度域で行われる。

【0006】

一方、前処理とはシリコン単結晶基板の表面に存在する自然酸化膜やパーティクル等を除去する操作であり、特にエピタキシャル成長を行う前には、シリコン単結晶基板の表面の清浄化は欠かせない処理である。自然酸化膜やパーティクルを除去するためによく用いられる方法は、 $H_2$  または $H_2/HCl$  混合ガス雰囲気中にて、1100℃付近の高温で基板の熱処理を行う方法である。この他に、室温近傍で実施可能な方法として、希フッ酸溶液を用いたウェット・エッチング、フッ化水素ガスと水蒸気との組合せ、Arプラズマ処理が知られているが、処理後直ちに酸化膜が再成長してしまうこと、基板の表面荒れが起こること、処理設備が腐食すること等の問題があり、現状では前述の高温熱処理が最適であると考えられている。

【0007】

一方、デバイス工程では、高温での熱処理プロセス等で、Fe、Ni、Cuに代表される重金属汚染があり、これら重金属汚染により、ウエーハ表面近傍に欠陥や電氣的な準位が形成されると、デバイスの特性が劣化するため、この重金属汚染をウエーハ表面近傍から取り除く必要から、IG (Intrinsic Gettering) や各種のEG (

Extrinsic Gettering) のゲッターリング手法が従来から用いられている。特に今後のデバイスプロセスは、更なる高集積化と高エネルギー・イオン注入を用いたプロセスの低温化が進むことが明らかで、その場合、デバイスプロセス途中における内部微小欠陥BMD (Bulk Micro Defect) の形成が、プロセス低温化のために困難になることが予測される。従って、低温プロセスでは、高温プロセスに比べて十分なIG効果を得ることが困難となる。一方、デバイスプロセスが低温化しても、高エネルギー・イオン注入等での重金属汚染は避け難く、ゲッターリング技術は必須と考えられる。またスリップの発生を抑制するには高密度なBMDが存在する事が好ましい。

#### 【0008】

なお、近年では、ウエーハ (インゴット) の中に、窒素をドープし、COP (Crystal Originated Particle) 等の結晶起因の欠陥が消滅しやすく、かつ、酸素析出物が得られやすいようにする工夫もされている。このような基板を用いエピタキシャルウエーハを製造した場合、高品質のウエーハが効果的に製造できるようになっている。

#### 【0009】

更には、原子空孔過剰であるが結晶成長導入欠陥 (COP等の結晶欠陥) のない領域と格子間シリコン原子過剰であるが結晶成長導入欠陥のない領域からなる結晶が知られている。これは結晶の引上げ速度等を制御する事によって得られ、結晶欠陥がほとんどないウエーハとすることができ (例えば、特許文献1参照)。このような原子空孔過剰であるが結晶成長導入欠陥のない領域と格子間シリコン原子過剰であるが結晶成長導入欠陥のない領域からなる結晶は準完全結晶 (Nearly perfect crystal) と呼ばれ、以下NPCと呼ぶ事がある。このような結晶を用いたウエーハ上にエピタキシャル成長させても高品質のウエーハが効果的に製造できる。

#### 【0010】

しかし上記のような、エピタキシャルウエーハではゲッターリング効果が不十分な場合があった。これは、エピタキシャルウエーハとなる基板が1000℃以上の高温プロセスを経ると、酸素析出核や酸素析出物のほとんどが消滅してしまい、ゲッターリングの機能を果たせなくなるためである。従来の方法ではエピタキシャル成長前の前処理で自然酸化膜を1000℃未満の温度域で十分に除去することは難しい。したがって、前処理については1000℃以上の温度域で行なわざるを得ず、従来、このためにエピタキシャルウエーハのゲッターリング効率の低下は免れなかった。

#### 【0011】

このような基板に対しゲッターリング効果を得るためには、エピタキシャル層を形成する前又は後にBMDを形成する為の熱処理を行なう必要があることがあり大変時間がかかるものであった。特にゲッターリング効果を得るために必要なBMDを形成するには、ウエーハを低温で十分な時間をかけ熱処理することが必要である。

#### 【0012】

【特許文献1】特開平11-199387号公報

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0013】

本発明は、このようなエピタキシャルウエーハの製造において効率的に熱処理を行ないゲッターリング効果の優れたエピタキシャルウエーハの生産性を向上させるエピタキシャルウエーハの製造方法の提供を目的としている。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0014】

上記課題を解決するための本発明は、エピタキシャルウエーハの製造方法であって、少なくとも、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なう熱処理工程と、前記熱処理したインゴットを鏡面状のウエーハに加工するウエーハ加工工程と、前記ウエーハ上にエピタキシャル層を形成するエピタキシャル成長工程を有することを特徴とするエピタキシ

ャルウエーハの製造方法である（請求項1）。

【0015】

このように、熱処理工程でインゴット状態のシリコン単結晶に予め熱処理をおこなって  
おき、ウエーハ加工工程でインゴットをウエーハに加工してから、エピタキシャル成長工  
程でそのウエーハ上にエピタキシャル層を形成することにより、従来のようにウエーハに  
対して熱処理を加える方法に比べて効率良く熱処理を行うことができる。

【0016】

この場合、前記熱処理工程において、前記シリコン単結晶に内部微小欠陥（BMD）を  
形成することが好ましい（請求項2）。

このように、熱処理工程においてインゴット状態のシリコン単結晶にBMDを形成する  
こととすれば、従来のシリコンウエーハに対して熱処理を加えてBMDを形成する方法に  
比べて、効率良くBMDを形成することができる。

【0017】

この場合、前記熱処理工程は、700℃以上900℃以下の熱処理温度で30分以上8  
時間以内の熱処理を行なうことが好ましい（請求項3）。

このような温度範囲で熱処理工程を行うことにより、後にエピタキシャル層を形成した  
場合に、基板ウエーハ表面に露出したBMDからエピタキシャル層欠陥が発生することが  
なく、十分なBMDを形成することができる。また、このような時間で熱処理工程を行う  
ことにより、良好なIG能力を付与することができる。

【0018】

この場合、前記熱処理工程は、昇温速度を0.5℃/min～10℃/minとして昇  
温することが好ましい（請求項4）。

このような昇温速度で熱処理することによりインゴット中に安定したBMDを形成する  
ことができる。なお高密度にBMDを析出させるためには、BMD析出核が生成する温度  
帯領域、例えば500℃以上において5℃/min以下にゆっくり昇温することが好まし  
い。これより低い領域（500℃未満）では10℃/min程度と比較的高速に昇温して  
処理すれば良い。

【0019】

この場合、前記エピタキシャル成長工程は、1000℃以上の温度で前処理を行った後  
に1000℃以上の温度でエピタキシャル成長を行なうことができる（請求項5）。

このように本発明では、1000℃以上の温度で前処理を行った後に1000℃以上の  
温度でエピタキシャル成長を行うことにより、前処理で十分に自然酸化膜を除去して、高  
品質のエピタキシャル成長を効率良く行うことができる。特に、初めにインゴットの状態  
で十分にBMDの析出核を形成しておくため、このような高温プロセスによりエピタキ  
シャル層を形成しても、ゲッターリング効果が低下することなく良好なIG能力を持つエピ  
タキシャルウエーハを製造することができる。

【0020】

この場合、前記シリコン単結晶は、窒素がドーブされている結晶であることが好ましい  
（請求項6）。

このようにシリコン単結晶に窒素をドーブしておくことにより、エピタキシャル成長工  
程後にエピタキシャル層の欠陥が少なく、IG効果の高いウエーハを効率良く製造するこ  
とができる。

【0021】

この場合、前記シリコン単結晶は、チョクラルスキー法により製造された準完全結晶（  
NPC）領域の結晶であることが好ましい（請求項7）。

このような結晶であれば、エピタキシャルウエーハとした場合にエピタキシャル層の欠  
陥が少ないより高品質のウエーハとすることができる。

【0022】

この場合、前記インゴット状態のシリコン単結晶は、チョクラルスキー法による単結晶  
引上装置で引き上げられたままの形状のインゴット、又は引き上げ後に円筒研削されプロッ

ク状に切断された状態のインゴットとすることができる(請求項8)。

本発明では、このようなインゴット状態のシリコン単結晶に熱処理工程を行なうため、効率良く I G 能力に優れたエピタキシャルウエーハを製造することができる。

なお、本発明でいう単結晶引上装置で上げられたままの形状のインゴットとは、チョクラルスキー法により上げられた直後の結晶の他、上げられたインゴットからコーン部、テール部を切断したもの、あるいはそれらを数個のブロックに切断したものも含む。

#### 【0023】

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明者は、エピタキシャルウエーハの製造に際して、例えば、インゴットのまま熱処理し I G 効果を上げるための BMD を十分に形成しておき、その後にウエーハ加工をし、更にその表面にエピタキシャル成長をすることによって、効率良く熱処理を行なうことができ、BMD が十分に形成されゲッタリング効果の高いエピタキシャルウエーハを効率よく製造可能であることを知見した。

#### 【0024】

つまり本発明のエピタキシャルウエーハの製造方法は、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なう熱処理工程と、熱処理したインゴットを鏡面状態のウエーハに加工するウエーハ加工工程と、鏡面研磨されたウエーハ上にエピタキシャル層を形成するエピタキシャル成長工程を有する事を特徴とする。特にインゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なう熱処理工程が BMD を形成する熱処理工程であることを特徴とする。

#### 【0025】

従来インゴット状態のアニール(以下インゴットアニールということがある)は、化合物半導体、例えば GaAs において主に行なわれている技術で、もっぱら電気特性を均一に改善する為に行なわれているものである(例えば特開平6-196430号公報、特開平6-31854号公報参照)。これに対して、本発明者は、インゴットアニールを、エピタキシャルウエーハの原料となるシリコン単結晶のインゴットに適応すれば良好なエピタキシャルウエーハが効率良く得られる事がわかった。従来は、エピタキシャル層を形成する前又は後にウエーハ状態のシリコン単結晶に BMD を形成する為の熱処理を行なう必要があった。ところが、ウエーハの熱処理に用いられる熱処理装置及びウエーハ熱処理ポートは、一度にウエーハをセットできる枚数が多くても100枚程度に限られてしまい、熱処理の効率が低いものであった。しかし、BMD を形成する熱処理をインゴット状態で行なうことにより、従来方法のようにウエーハ熱処理ポートを用いる必要がないため、ウエーハ状態なら数バッチから十数バッチ分はかかる熱処理を一回の熱処理で行なうことができ、熱処理の効率を大幅に向上させることができる。

#### 【0026】

特にインゴット状態で700℃以上900℃以下の熱処理を施しBMDを形成しておくことが好ましい。900℃以下の温度で熱処理を行うことにより、インゴット全体に転位やスリップが発生するのを防ぎ、ウエーハ表面にBMDが露出してエピタキシャル層に欠陥が発生するのを防ぐことができる。また、700℃以上の温度で熱処理をすることにより、インゴットの状態で形成したBMDがエピタキシャル成長工程で消滅することを防ぐことができる。

#### 【0027】

従って、インゴット状態のシリコン単結晶に700℃以上900℃以下の熱処理を行うことにより、エピタキシャル層欠陥を発生させないとともに、エピタキシャル工程で消滅しない適当な大きさのBMDをインゴット内部に十分に形成することができる。具体的には、700℃以上900℃以下の熱処理温度で、30分以上8時間以内の定温保持、または複数段の定温保持熱処理を行い、また、昇温速度も0.5℃/min~10℃/minとして熱処理することで安定したBMDを形成する事ができる。

#### 【0028】

また、インゴットは、シリコン単結晶に窒素がドーピングされている結晶、又はNPC領域の結晶であることが好ましい。

特に窒素ドーピングしたシリコン単結晶を用い熱処理した場合、COP等の結晶起因の欠陥が消滅しやすく、かつ、結晶内部で酸素析出物が得られやすくなる。このようなシリコン単結晶を用いる事により、エピタキシャル成長工程においても欠陥の少ないウエーハおよびIG効果の高いウエーハが効果的に製造できる。

#### 【0029】

また、NPC領域の結晶についても同様にエピタキシャル層欠陥の少ないウエーハが得られる。NPC領域の結晶は、結晶引上げ条件を制御する事で、原子空孔過剰であるが結晶成長導入欠陥のない領域(N<sub>v</sub>領域ということがある)と格子間シリコン原子過剰であるが結晶成長導入欠陥のない領域(N<sub>i</sub>領域ということがある)で成長させた結晶である。

特に、NPC領域ではN<sub>v</sub>とN<sub>i</sub>領域で、酸素析出挙動が異なる事が知られている。このような異なる酸素析出挙動を示す場合、例えばインゴット段階で300~500℃といった低温領域から、0.5~2℃/min程度の遅い昇温速度でBMDを成長させることにより、N<sub>v</sub>やN<sub>i</sub>領域での酸素析出挙動が均一化され、面内で安定したBMDの形成を行なうことができるので好ましい。従来は、ウエーハ状態でこのような熱処理を行なうと生産性が著しく低下するため、現実的には実施することができなかった。しかしインゴット段階であれば、このようなゆっくりした熱処理を行なっても1回の熱処理でできるので高い生産性を維持することができる。

#### 【0030】

なお、インゴット状態のシリコン単結晶とは単結晶引上装置で引き上げられたままの形状のインゴット又は引上げ後に円筒研削しブロック状に切断した状態のインゴットである。単結晶引上装置により引き上げたシリコン単結晶は、コーン及びテールといった部分が形成されているが、このようなインゴットの状態(この他にコーン部およびテール部を除去した状態、および複数ブロックに分割した状態を含む)で、インゴットアニールすることができる。

またウエーハ加工前(スライス前)に、通常はインゴットを円筒研削してから複数のブロックに分けるが、このような円筒研削されたブロックの状態でも熱処理しても良い。この場合は、ブロックの表層に円筒研削での金属汚染が発生するため、表層100~500μm程度を酸エッチングにより除去してから、熱処理を行うことが好ましい。

#### 【0031】

エピタキシャル層を形成する方法は、特に従来の方法でかまわない。例えば、1000℃以上の高温プロセスを有する前処理を行い、その後に1000℃以上の温度でエピタキシャル成長を行なう方法で良い。具体的にはシリコン結晶薄膜のエピタキシャル成長は、H<sub>2</sub> 雰囲気中に珪素化合物ガスであるSiCl<sub>4</sub>、SiHCl<sub>3</sub>、SiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>、SiH<sub>4</sub>等のガスとドーパント・ガスであるB<sub>2</sub>H<sub>6</sub>ガスやPH<sub>3</sub>等のガスを供給し、1000~1300℃の温度域で行われる。

#### 【0032】

一方、エピタキシャル成長前に行う前処理はシリコン単結晶基板の表面に存在する自然酸化膜とパーティクルを除去する操作であり、特にエピタキシャル成長を行う前には、シリコン単結晶基板の表面の清浄化は欠かせない処理である。自然酸化膜やパーティクルを除去するためによく用いられる方法は、H<sub>2</sub> またはH<sub>2</sub>/HCl混合ガス雰囲気中にて、1000℃~1300℃、特に1100℃付近の高温で基板の熱処理を行う方法である。

#### 【0033】

このようなシリコン単結晶の状態でも熱処理したインゴットをウエーハ加工し、エピタキシャルウエーハの原材料とする事で、欠陥もなくIG効果の高いエピタキシャルウエーハを効率良く製造できるようになる。

#### 【発明の効果】

#### 【0034】

本発明によるウエーハの製造方法によれば、初めにインゴットの状態でもBMDを形成しておく為、ウエーハ加工後にエピタキシャル層を形成してもBMDが消滅することなく、



高密度のBMDが析出したIG能力の高いエピタキシャルウエーハが製造できる。また、BMDを形成する熱処理がウエーハ状態での熱処理ではなく、インゴット状態での熱処理であるため、(ウエーハ換算にすると)大量のウエーハを一度に処理でき、生産性が向上する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0035】

本発明のエピタキシャルウエーハの製造方法について図面を参照し説明する。図1は本発明のエピタキシャルウエーハの製造工程の概略を示すフロー図である。

【0036】

(インゴットの育成)

先ず初めにCZ法により、酸素濃度(や窒素濃度)、抵抗率等を調節しシリコン単結晶インゴットを成長する。この引上げ方法は特に限定されるものではなく、従来から行なわれている方法を用いれば良い。特にCOP等の結晶起因の欠陥が少なくなるような条件でインゴットを引き上げると好ましい。

【0037】

特にシリコン単結晶中に窒素をドーピングすることにより、BMDを形成しやすく、エピタキシャル層欠陥を少なくできるシリコン単結晶を成長させることができる。本発明において、窒素をドーピングしたシリコン単結晶インゴットを育成するには、チョクラルスキー法でシリコン単結晶を育成する場合に、あらかじめ石英ルツボ内に窒化物を入れておくか、シリコン融液中に窒化物を投入するか、雰囲気ガスを窒素を含む雰囲気等とすることによって、シリコン単結晶中に窒素をドーピングすることができる。この際、窒化物の量あるいは窒素ガスの濃度あるいは導入時間等を調整することによって、結晶中の窒素ドーピング量を制御することが出来る。

【0038】

また、準完全結晶(NPC)領域のシリコン単結晶を用いることにより、エピタキシャル層欠陥の極めて少ないエピタキシャルウエーハを製造することができる。この準完全結晶領域のシリコン単結晶を製造するには、例えば、チョクラルスキー法により単結晶を成長させるときの引上速度Vと、固液界面近傍の引上軸方向の結晶温度勾配Gとの比であるV/Gを制御しつつ結晶引上を行なうことにより、結晶横断面全面で、準完全結晶(NPC)領域のシリコン単結晶を引上げることができる。

【0039】

(インゴットアニール:熱処理工程)

次にこのように育成されたインゴットをインゴットの形態で熱処理する。つまりウエーハ形状に加工するスライス工程前(ウエーハ加工工程前)に熱処理を行なう。特にBMDが形成される条件で熱処理する。この時、インゴットアニールは、インゴット引上げ装置で引き上げられたままの形状のインゴット又は引上げ後に円筒研削しブロック状に切断した状態で行なう。つまりインゴット外周部を円筒研削する前又は後どちらでも実施する事ができる。本例では、引き上げられたままの形状ではなく円筒研削してブロック状態にしたインゴットをインゴットアニールする例を示す。

【0040】

インゴットの育成工程で引き上げられたインゴットの側面を円筒研削し、その後、図3に示すようにインゴット1のコーン部2及びテール部3を切断し、さらに複数のブロック4に切断する事でインゴットブロックを得る。

【0041】

その後、このブロック状のインゴットの状態のまま熱処理を行なう。なお、このような円筒研削・ブロック加工を行なった場合、熱処理により汚染や割れが生じる可能性があるため、先ず初めにインゴット表面全体をエッチング液により、数百 $\mu\text{m}$ エッチングしてインゴット表面に付着している金属不純物等を除去する。このエッチング液は例えば、HF/HNO<sub>3</sub>からなる酸性のエッチング液などが用いられる。

【0042】

その後、ブロックの状態のまま、熱処理炉に入れ熱処理する。熱処理装置は特に限定するものではないが、このような形態のインゴットブロックを塊のまま熱処理できる例えば、図2のようなものが好ましい。図2の熱処理炉10は、インゴットブロック4を縦置きにして熱処理できる装置であるが、インゴットブロック4を熱処理炉10の下方から石英やSiCからなるチャンバ11内に投入し、その外側に配置されたヒータ12等のヒータにより熱処理する形態のものであり、いわゆる縦型の熱処理炉である。このような熱処理炉を用いBMDが形成される熱処理条件で熱処理を行なう。このようなシリコン単結晶をブロック状にした熱処理では、熱処理炉も小型化でき好ましい。

このようにインゴットのまま熱処理することで、ウエーハ用の熱処理ボートが不要になるため、一度に大量のシリコン単結晶を熱処理でき、ウエーハ状態で熱処理した場合に換算すると、きわめて多くのウエーハを一度に熱処理できることになる。

#### 【0043】

この熱処理工程の具体的な熱処理条件は、要求される仕様により適宜設定すれば良いが、特に酸素雰囲気中、700℃～900℃の熱処理を30分から8時間程度行なえば、目的とするBMDが十分に生成される。実際には室温から500℃付近までは昇温速度10℃/分程度の高速で昇温し、その後昇温速度を遅くして、設定温度までは0.5℃/分～5℃/分程度で昇温する。このような方法で設定温度（例えば800℃）まで徐々に昇温させ、この設定温度で任意の時間（例えば4時間）保持する。その後、600℃までは5℃/分程度の降温速度で冷却し、その後2℃/分程度で室温まで落とし熱処理を終了する。この段階で1200℃程度の温度でも、エピタキシャル層形成処理のような短時間の熱処理であれば消失しないBMDが高密度に形成される。

#### 【0044】

##### （ウエーハ加工工程）

次にこのようにインゴットアニールしたインゴットをウエーハ加工する。ウエーハ加工では、少なくともウエーハの一主面を鏡面化する研磨が施され、高平坦度なウエーハが得られればその工程は特に限定するものではない。この実施の形態では図5に示すように単結晶シリコンインゴットをスライスして薄板（ウエーハ）を作製した後（図5（A））、このシリコンウエーハに対して面取り（図5（B））、平坦化（ラッピング）（図5（C））、エッチング（図5（D））、研磨（図5（E））等の各工程を順次実施し、最終的に鏡面研磨ウエーハを得る。各工程の条件は特に限定するものではないがスライス工程（図5（A））ではワイヤソーを用いた切断、平坦化工程（図5（C））ではラッピング（工程）または平面研削（工程）などにより行なう。例えばラッピング工程であれば#1500以上の遊離砥粒を用いたラッピングを行なう。次にエッチング工程（図5（D））ではアルカリ溶液を用いたエッチング、研磨工程（図5（E））では両面研磨、片面研磨を組み合わせた複数段の研磨で実施すると良い。また面取り工程（図5（B））についても平坦化前の粗面取りや面取り部の鏡面化（鏡面面取り）等を実施している。この他に研磨後や各工程間に洗浄工程が入っても良い。

このように、インゴットアニールを行なった後、ウエーハ加工することでIG能力の高いウエーハが容易に製造できる。

#### 【0045】

##### （エピタキシャル成長工程）

このような鏡面研磨ウエーハの表面にエピタキシャル層を形成する。エピタキシャル層の形成は、前処理としてシリコン単結晶基板の表面に存在する自然酸化膜とパーティクルを除去する。これはH<sub>2</sub> またはH<sub>2</sub> /HCl混合ガス雰囲気中にて、1100℃付近の高温で基板の熱処理を行う。

#### 【0046】

次にエピタキシャル層を形成する方法は、従来の方法でかまわない。例えばH<sub>2</sub> 雰囲気中に珪素化合物ガスであるSiCl<sub>4</sub>、SiHCl<sub>3</sub>、SiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>、SiH<sub>4</sub>等のガスとドーパント・ガスであるB<sub>2</sub>H<sub>6</sub>ガスやPH<sub>3</sub>等のガスを供給し、1000～1300℃の温度域で処理が行なわれる。

## 【0047】

なお、エピタキシャル成長に用いる装置は、従来の装置でかまわない。例えば図4に示すような前処理とエピタキシャル成長とを同一の処理室内で行うエピタキシャル成長装置を用いる事ができる。このエピタキシャル成長装置20は処理室21の中にウエーハWを収容する。図4ではウエーハWは1枚収容されているが、複数枚であっても構わない。上記処理室21の一端から導入されたガスは、ウエーハWに接触後、該処理室21の他端から排気される。処理室21内を流れる上記ガスは、 $H_2$ ガス単独、 $H_2$ ガスで希釈されたHFガス、 $H_2$ ガスで希釈されたHClガス、 $H_2$ ガスで希釈された $SiHCl_3$ ガス等、前処理およびエピタキシャル層を成長させるために必要なガスのいずれかであり、各成分ガスはいずれもマスフローコントローラ23で精密に流量制御されながら処理室21内へ導入される。HFは常温で液体であるが、蒸気圧が大きく容易に気化するため、気化成分を $H_2$ と混合して処理室21へ供給する。処理室21の外側には、その一方の主面に沿って赤外線ランプ22が配されており、通電量に応じてウエーハWの加熱温度を制御するようにされている。また、処理室21の他方の主面側には放射温度計24が配されており、プロセス中のウエーハ温度をモニタ可能となされている。もちろん前処理部とエピタキシャル成長部が別の処理室になっていても良い。

## 【0048】

以上のようにエピタキシャルウエーハを製造することにより、エピタキシャル層欠陥が少なく、高密度のBMDを持つエピタキシャルウエーハを効率良く製造することができ、生産性を大幅に向上させることができる。

## 【実施例】

## 【0049】

## (実施例)

## (インゴットの育成)

CZ法により、酸素濃度 $13 \sim 15 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  [old ASTM]、窒素濃度 $5 \sim 9 \times 10^{12} \text{ atoms/cm}^3$ のシリコン単結晶インゴットを成長した。このインゴットは円筒研削し複数のブロックに切断する事で、直径約300mm、長さ約30cmのインゴットを得た。

## 【0050】

## (インゴットアニール：熱処理工程)

上記インゴットを、インゴットの状態のまま熱処理工程を行なった。先ず初めにインゴット表面全体をHF/ $HNO_3$ からなる酸エッチング液により約200 $\mu\text{m}$ エッチングして表面を汚染している金属不純物を除去した。

その後、インゴットの状態のまま、図2に示す熱処理炉に入れ熱処理した。

## 【0051】

熱処理は、室温から昇温速度 $10^\circ\text{C}/\text{分}$ で $500^\circ\text{C}$ まで、その後昇温速度 $1^\circ\text{C}/\text{分}$ で $800^\circ\text{C}$ まで昇温し、 $800^\circ\text{C}$ で4時間保持した。その後、 $600^\circ\text{C}$ まで $5^\circ\text{C}/\text{分}$ 程度の降温速度で冷却し、その後 $2^\circ\text{C}/\text{分}$ 程度で室温まで落とした。この熱処理時の雰囲気は酸素ガスを用いた。

これにより、エピタキシャルウエーハの基板となるウエーハを、1回の熱処理で大量に製造する事ができる。

## 【0052】

## (ウエーハ加工工程)

ウエーハ加工工程では、図5に示す工程で処理した。スライス工程(図5(A))ではワイヤーソーを用いて切断し、面取り工程後(図5(B))、平坦化工程(図5(C))では#1500の遊離砥粒を用いてラッピングし、エッチング工程(図5(D))では濃度50%NaOHを用いたアルカリ溶液によりエッチングした。その後研磨工程(図5(E))では両面研磨、片面研磨、片面研磨の3段の研磨を行ない、高平坦度で鏡面化されたウエーハを得た。その後洗浄を行なった。上記30cmのインゴットから約300枚の直径300mmのシリコンウエーハが得られた。

## 【0053】

(エピタキシャル成長)

このウエーハを図4に示すようなエピタキシャル装置を用いエピタキシャル層を形成した。まず、ウエーハに前処理を行った。このウエーハを23℃、1気圧に維持された処理室内に載置し、まずH<sub>2</sub>ガスで希釈された1%HF混合ガスを流量100リットル/分にて3分間供給し、該ウエーハ表面の自然酸化膜を除去した。次に、処理室の外周部に設けられた抵抗加熱炉に通電し、ウエーハの温度を1000℃に昇温した。温度が安定化したところで、H<sub>2</sub>ガスで希釈された1%HCl混合ガスを流量100リットル/分にて1分間導入し、有機物薄膜を除去した。

## 【0054】

次に、エピタキシャル成長を行なった。処理室内にH<sub>2</sub>ガス雰囲気とし、上部に設けられた赤外線ランプの通電量を調整し、ウエーハの温度を1100℃に昇温し、温度が安定化した後、直ちにH<sub>2</sub>で希釈された2%SiHCl<sub>3</sub>混合ガスを流量100リットル/分にて極微量のB<sub>2</sub>H<sub>6</sub>と共に1分間導入した。これにより厚さが3μm、抵抗率が15Ω・cm、B濃度が $1 \times 10^{15} / \text{cm}^3$ のシリコン単結晶薄膜(エピタキシャル層)が成長されたエピタキシャルウエーハが得られた。

## 【0055】

このようにして得られたエピタキシャルウエーハについて、基板側のBMD密度を確認した。BMD密度は1000℃2時間の熱処理を行い、BMDを顕在化させて測定した。赤外線トモグラフィ法で評価した結果、約 $6 \times 10^9 \text{ atoms} / \text{cm}^3$ の高いBMD密度が得られた。よって、本発明の方法により、高温のエピ成長熱処理がなされているにもかかわらず、ゲッタリングサイトとなるBMDが多く形成されているエピタキシャルウエーハを製造できる事がわかる。

またこれらのウエーハに対しエピ層欠陥の観察を行なった。エピ層欠陥は観察されなかった。

## 【0056】

(比較例)

シリコン単結晶をインゴット段階で熱処理することなく、通常の方法でエピタキシャルウエーハの製造を行なった。酸素濃度や窒素濃度を実施例と同様にしてシリコン単結晶インゴットを形成した後、実施例と同様なウエーハ加工工程を行い直径300mmのウエーハを約300枚製造した。続いて、実施例と同じエピタキシャル成長条件でウエーハ上にエピタキシャル層を形成した。

## 【0057】

このようにして得られたエピタキシャルウエーハについて、実施例と同様にしてBMD密度を確認した。その結果、BMD密度は平均 $1 \times 10^8 \text{ 個} / \text{cm}^3$ であった。このようにインゴット段階でアニールしない場合、大変少ないBMD密度であった。したがって、十分なゲッタリング能力を得るには、この後、ウエーハにBMDを形成する長時間の熱処理を施す必要がある。

## 【0058】

なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

## 【0059】

例えば、上記実施の形態では、インゴットを複数のブロックに分割し、ブロックの状態インゴットアニールをしているが、このような切断を行なわない、引き上げた状態のインゴットのままの形態で処理しても良い。このようにすれば、さらに多くのウエーハを取ることができるインゴットを一度に処理できる。

【図面の簡単な説明】

## 【0060】

【図1】本発明のエピタキシャルウエーハの製造工程の概略を示したフロー図である

。

【図 2】本発明における熱処理工程で用いられる熱処理炉の一例を示した説明図である。

【図 3】引上げ後にブロック状に切断された状態のシリコン単結晶のインゴットを示した図である。

【図 4】エピタキシャル成長装置の一例を示した説明図である。

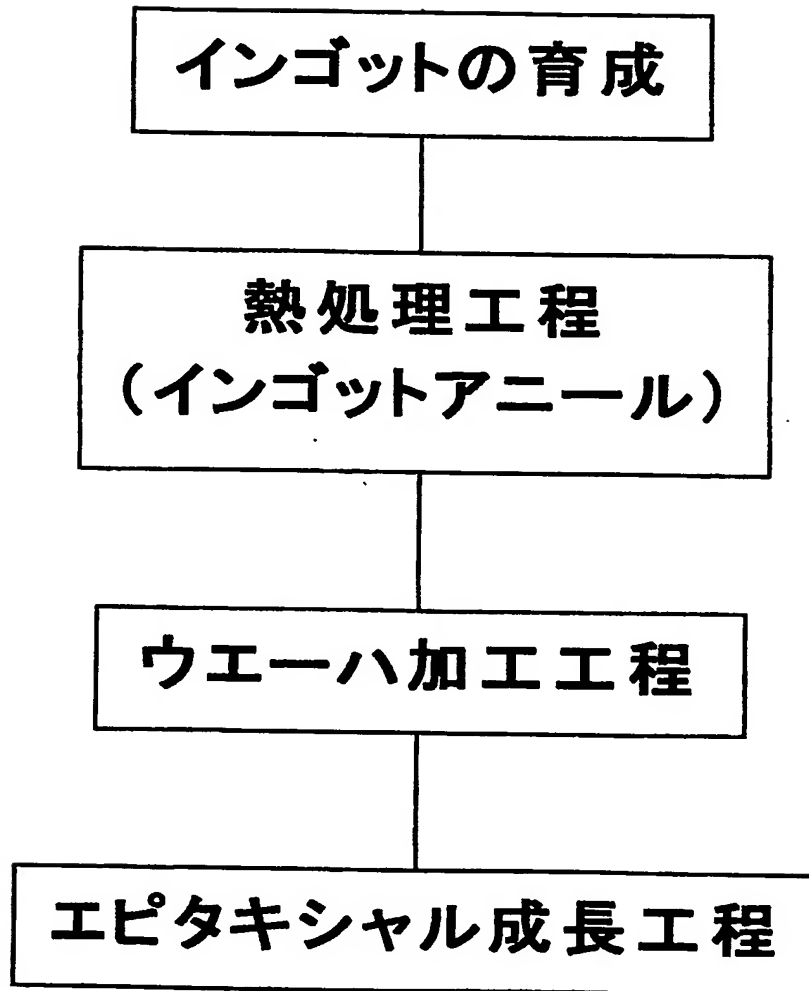
【図 5】本発明におけるウエーハ加工工程の一例を示したフロー図である。

【符号の説明】

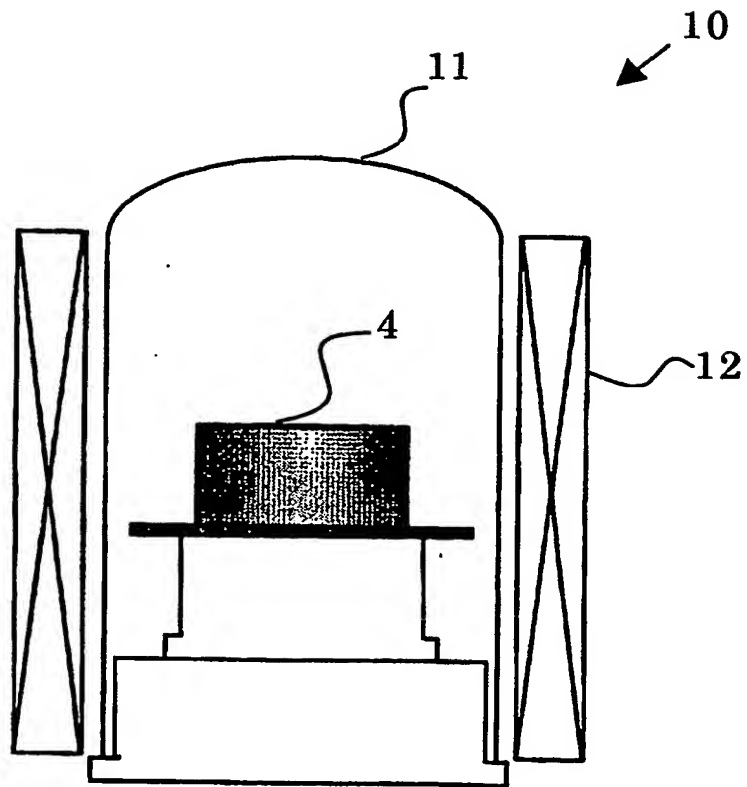
【 0 0 6 1 】

1…インゴット、 2…コーン部、 3…テール部、 4…ブロック、  
 10…熱処理炉、 11…チャンバ、 12…ヒータ、  
 20…エピタキシャル成長装置、 21…処理室、 22…赤外線ランプ、 23…マ  
 スフローコントローラ、 24…放射温度計、  
 W…ウエーハ。

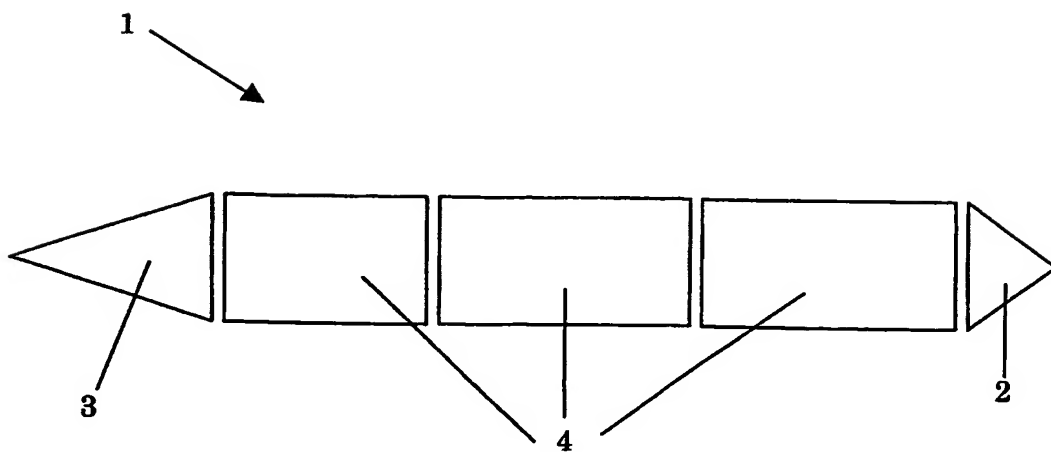
【書類名】 図面  
【図 1】



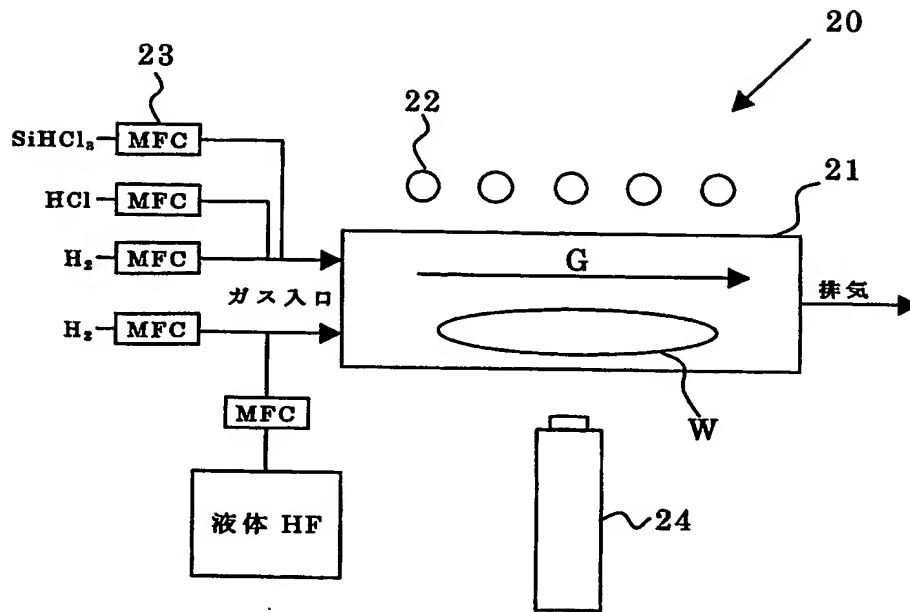
【図 2】



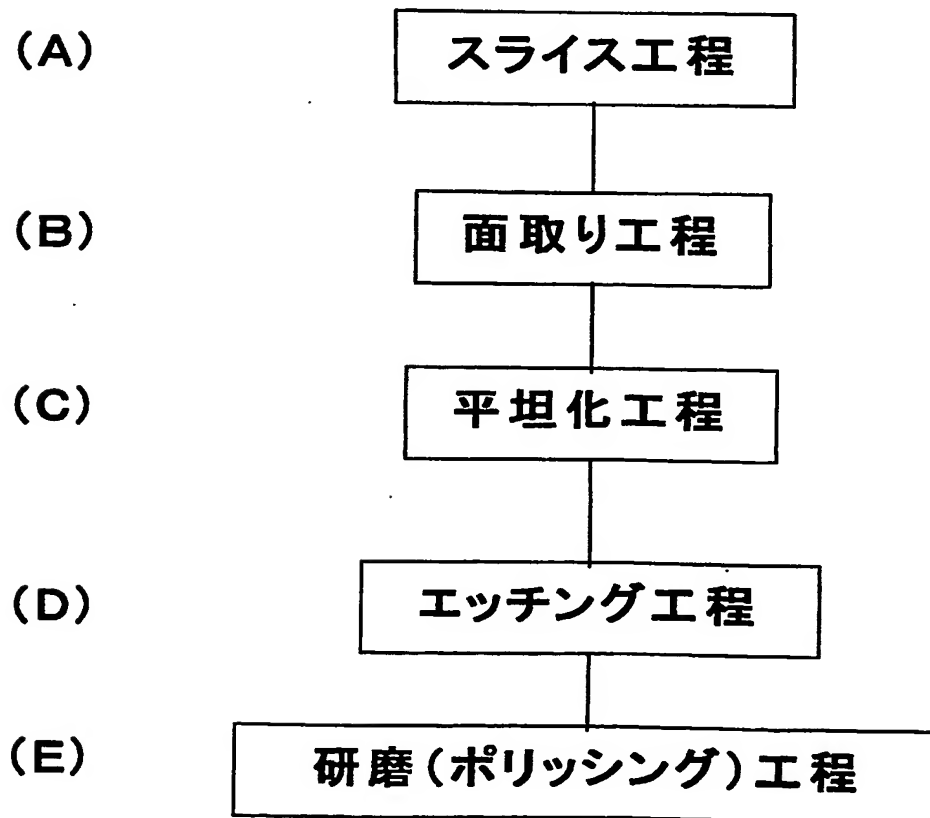
【図 3】



【図 4】



【図 5】





**【書類名】 要約書****【要約】**

**【課題】** エピタキシャルウエーハの製造において効率的に熱処理を行ないゲッタリング効果の優れたエピタキシャルウエーハの生産性を向上させるエピタキシャルウエーハの製造方法を提供する。

**【解決手段】** エピタキシャルウエーハの製造方法であって、少なくとも、インゴット状態のシリコン単結晶に熱処理を行なう熱処理工程と、前記熱処理したインゴットを鏡面状のウエーハに加工するウエーハ加工工程と、前記ウエーハ上にエピタキシャル層を形成するエピタキシャル成長工程を有するエピタキシャルウエーハの製造方法。

**【選択図】** 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-292596
受付番号	50301339270
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成15年 8月13日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成15年 8月12日
-------	-------------

特願 2 0 0 3 - 2 9 2 5 9 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 1 9 0 1 4 9 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内 1 丁目 4 番 2 号

氏 名

信越半導体株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**